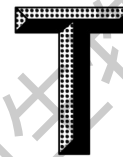


ICS 11.040.40
CCS C 35



团 体 标 准

T/CSBM 0065—2026

外科植入物用聚己内酯材料

Polycaprolactone materials for surgical implants

2026-01-30 发布

2026-06-01 实施

中国生物材料学会 发 布
中国标准出版社 出 版

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 材料和制造	2
5 要求	2
6 试验方法	4
7 包装	7
附录A(资料性) 聚己内酯分子量及分子量分布测试	9
附录B(资料性) 聚己内酯中单体 ϵ -己内酯残留测试	10
附录C(资料性) 聚己内酯中溶剂(乙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、二甲苯)残留测试	11
附录D(资料性) 聚己内酯材料中催化剂锡残留测试	12
参考文献	14

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国生物材料学会提出。

本文件由中国生物材料学会标准工作委员会归口。

本文件起草单位：成都众兴美源生物科技有限公司、成都恒美盛生物科技有限公司、深圳聚生生物有限公司、四川大学、四川医疗器械生物材料和制品检验中心有限公司、宁波宝亨生物科技有限公司、济南磐升生物技术有限公司、长春圣博玛生物材料有限公司。

本文件主要起草人：刘荣凌、严智升、郑超、王源铎、马加春、吴庆江、陈锐、袁曦、钟萌、黄灿、吴双、何宏伟、白云、竺亚斌、秦健宇、王红丽、庄秀丽、丛占福、丛丽芳。

引 言

聚己内酯材料因可降解特性在医疗领域广泛应用,包括可吸收医疗器械、缓释药物、组织工程支架等。在可吸收医疗器械方面,疝气补片、注射填充剂等医疗器械均已大量应用于临床。国内外现均无医用聚己内酯的标准发布,为了更好地控制聚己内酯在外科植入领域的产品质量,确保材料在外科植入领域有效、稳定应用,制定本文件,以此促进行业快速、规范的可持续发展。

本文件参考 GB/T 37642—2019,增加材料适用于医用属性的相关指标,规定了材料的技术要求,描述了相应的试验方法,规定了包装的要求。

外科植入物用聚己内酯材料

1 范围

本文件规定了外科植入物用聚己内酯材料的技术要求,描述了相应的试验方法,规定了包装的要求。

本文件适用于外科植入物用 ϵ -己内酯均聚物树脂,也适用于 ϵ -己内酯与其他生物可吸收单体共聚的树脂。这些单体包括但不限于丙交酯、乙交酯、聚乙二醇、月桂醇。本文件中的聚己内酯共聚物为 ϵ -己内酯摩尔分数等于或大于 50% 的共聚物。

本文件规定了外科植入物用聚己内酯树脂和共聚树脂的材料特性,不适用于由这些材料制造的经包装灭菌的成品植入物。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 1033.1—2008 塑料 非泡沫塑料密度的测定 第 1 部分:浸渍法、液体比重瓶法和滴定法
- GB/T 1040.1 塑料 拉伸性能的测定 第 1 部分:总则
- GB/T 1041 塑料 压缩性能的测定
- GB/T 1632.1—2024 塑料 使用毛细管黏度计测定聚合物稀溶液黏度 第 1 部分:通则
- GB/T 1843 塑料 悬臂梁冲击强度的测定
- GB/T 2411 塑料和硬橡胶 使用硬度计测定压痕硬度(邵氏硬度)
- GB/T 9341 塑料 弯曲性能的测定
- GB/T 14233.2—2025 医用输液、输血、注射器具检验方法 第 2 部分:生物学试验方法
- GB/T 16886.1 医疗器械生物学评价 第 1 部分:风险管理过程中的评价与试验
- GB/T 19466.3—2004 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第 3 部分:熔融和结晶温度及热焓的测定
- GB/T 21864—2008 聚苯乙烯的平均分子量和分子量分布的检测标准方法 高效体积排阻色谱法
- GB/T 37642—2019 聚己内酯(PCL)
- YY/T 0661—2017 外科植入物 半结晶型聚丙交酯聚合物和共聚物树脂
- YY/T 1806.1 生物医用材料体外降解性能评价方法 第 1 部分:可降解聚酯类
- ICH Q3C(R9) 残留溶剂指南(Guideline for Residual Solvents)
- ICH Q3D(R2) 元素杂质指导原则(Guideline for Elemental Impurities)
- 中华人民共和国药典(四部)2025 版

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

均聚物 homopolymer

由一种单体聚合而成的聚合物。

3.2

共聚物 copolymer

共聚体

由两种或两种以上不同单体经聚合反应而得的聚合物。

注：如聚己内酯-丙交酯共聚物(PCLA)树脂是 ϵ -己内酯和丙交酯的共聚物。根据各种单体在共聚物分子链中排列方式,可分为无规共聚物、交替共聚物、嵌段共聚物和接枝共聚物。

3.3

聚己内酯材料 polycaprolactone material

ϵ -己内酯均聚物树脂,或由 ϵ -己内酯单体与其他生物可吸收单体共聚的共聚物树脂,其中共聚物树脂中 ϵ -己内酯摩尔分数不低于50%。

4 材料和制造

4.1 所有原料组分和与产品接触的其他材料,应具备适于制造可植入医疗器械的要求,此要求包括控制可能影响产品生物相容性、生物学性能、降解产物毒性、可滤沥物毒性的成分和其他潜在污染物。

4.2 所有聚合物加工(包括单体处理、合成、造粒/研磨和包装等所有制备工艺)应在适于用此材料制造可植入医疗产品的条件下进行,制造全过程应符合医疗器械生产质量管理规范的要求。

5 要求

5.1 外观

应为白色或类白色固体,无肉眼可见异物;形状由供需双方商定,如球状、粒状、粉末、片状或其他合适的形状。

5.2 鉴别

聚己内酯材料的红外光谱图或 $^1\text{H-NMR}$ 谱图或 $^{13}\text{C-NMR}$ 谱图应与其标准谱图基本一致;暂无标准谱图的聚己内酯材料,其红外光谱图或 $^1\text{H-NMR}$ 谱图或 $^{13}\text{C-NMR}$ 谱图的特征峰应与其材料结构的特征峰相吻合。

注：标准谱图指已发布标准中的聚己内酯材料谱图或采用聚己内酯材料标准物质同法检测所得谱图。图1是聚己内酯均聚物的典型的红外透射参考光谱。

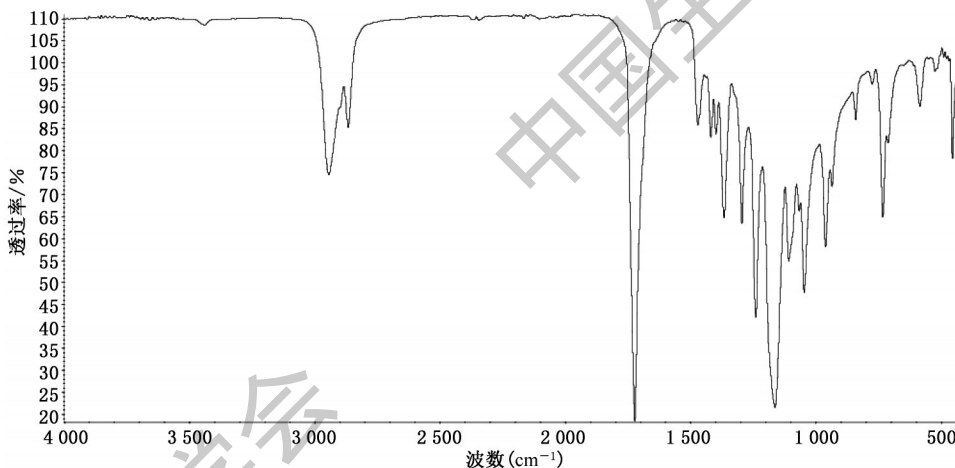


图1 聚己内酯的红外光谱图

5.3 共聚率

如适用,不同单体共聚的聚己内酯材料的共聚率,各特征基团的摩尔分数应在 $P \pm 3\%$ (P 为标示值或客户约定值)。如需方可以接受,限定范围可协商放大。

5.4 特性黏度

聚己内酯材料的特性黏度应在 $\eta(1 \pm 10\%)$,单位为 dL/g。

5.5 重均分子量及分子量分布

聚己内酯均聚物材料的分子量分布应 ≤ 2.3 ;聚己内酯共聚物材料的分子量分布应符合制造商的规定。

聚己内酯材料的重均分子量应符合制造商的规定。

5.6 单体残留

聚己内酯材料的己内酯单体残留量应 $\leq 0.5\%$ (质量分数)。

共聚单体或过程生成物残留应符合制造商的规定,可根据日最大允许使用剂量,结合各残留物的毒理学数据,给出相应的残留量限值。

5.7 溶剂残留

聚己内酯材料的溶剂残留总量应 $< 1\,000 \mu\text{g/g}$ 。

二氯甲烷应 $< 200 \mu\text{g/g}$,乙醇应 $< 500 \mu\text{g/g}$,乙酸乙酯应 $< 1\,000 \mu\text{g/g}$,甲苯应 $< 890 \mu\text{g/g}$,二甲苯应 $< 200 \mu\text{g/g}$ 。

如使用溶剂未包含在以上名录中,每个溶剂的残留量应符合 ICH Q3C(R9)中限值的要求;如果采用的溶剂未在 ICH Q3C(R9)中列出,应符合制造商的规定,可根据日最大允许使用剂量,结合溶剂的毒理学数据给出残留限值。

5.8 水残留

聚己内酯的水残留应 $\leq 0.3\%$ (质量分数);共聚接枝亲水材料的,如聚乙二醇等,限定范围可适当放宽。

5.9 炽灼残渣

聚己内酯材料的炽灼残渣应 $\leq 0.2\%$ (质量分数)。

5.10 催化剂残留

如适用,聚己内酯材料的催化剂残留要求如下:

- 采用有机锡类或铝类催化剂的聚己内酯材料,锡残留量应 $\leq 150 \mu\text{g/g}$,铝残留量应 $\leq 100 \mu\text{g/g}$;
- 采用其他金属催化剂的聚己内酯材料,相应元素限量应符合 ICH Q3D(R2)中相应元素限值的要求;
- 采用非金属催化剂的聚己内酯材料,催化剂残留应符合制造商的规定,可根据日最大允许使用剂量,结合催化剂的毒理学数据,给出残留限值。

5.11 重金属含量

聚己内酯材料的重金属含量(以铅计)应 $\leq 10 \mu\text{g/g}$ 。

5.12 微量元素含量

如执行 5.11 不能满足需求方使用要求,聚己内酯材料的微量元素含量要求如下:

铅(Pb)≤0.5 μg/g,镉(Cd)≤0.2 μg/g,砷(As)≤1.5 μg/g,汞(Hg)≤0.3 μg/g;如有其他添加元素,添加元素应符合 ICH Q3D(R2)中相应元素限值的要求。

5.13 密度

基于聚己内酯材料多元化应用,需求方特别要求控制材料密度的,聚己内酯密度应为(1.11±0.05)g/cm³;聚己内酯共聚物材料的密度应符合制造商的规定。

5.14 熔点

基于聚己内酯材料应用为注塑等,需求方特别要求控制材料熔点的,聚己内酯熔点应为(60±5)℃;聚己内酯共聚物材料的熔点应符合制造商的规定。

5.15 细菌内毒素含量

每 1 mg 含内毒素的量应<0.9 EU。

特殊情况下,可根据实际生产情况和临床使用情况确定聚己内酯材料的细菌内毒素限量,但应说明理由。

5.16 微生物限度

每 1 g 供试品中需氧菌总数不应超过 10³ CFU,霉菌和酵母菌总数不应超过 10² CFU;
每 1 g 供试品不得检出大肠埃希菌、铜绿假单胞菌、沙门菌。

5.17 无菌

以无菌方式提供的聚己内酯材料,最终产品中的微生物存活概率(即无菌保证水平,SAL)不应高于 10⁻⁶。

5.18 生物学评价

根据 GB/T 16886.1 进行生物相容性评价。

5.19 降解性能

根据使用要求,供需双方协商,对聚己内酯材料的降解时间、降解产物等指标进行规定。

5.20 机械性能

根据使用要求,供需双方协商,确定聚己内酯材料的机械性能要求,如拉伸性能、弯曲性能、压缩性能、冲击强度、硬度等。

6 试验方法

6.1 外观

采用目视检查。

6.2 鉴别

按照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部 通则 0402-红外分光光度法进行红外光谱的鉴别测定,宜用衰减全反射(ATR)进行检测;按照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部 通则 0441-核磁共振波谱法进行核磁的鉴别测定,宜用氘代氯仿为检测溶剂。

6.3 共聚率

按照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部 通则 0441-核磁共振波谱法中 2 定量分析的方法进行共聚率的测定,并计算各特征基团的摩尔分数。如采用其他试验方法应经方法验证与确认。

6.4 特性黏度

方法一(仲裁法):按照 GB/T 1632.1—2024 进行特性黏度的测定。测试温度宜为 25℃,溶剂推荐四氢呋喃。当样品在四氢呋喃中不能溶解时,可更换三氯甲烷、二氯甲烷、六氟异丙醇等溶剂和(或)提高检测液的温度,应保证聚合物成分完全溶解,其他不溶物可通过过滤或离心等方法去除,注意去除过程中待测液应适当防护,避免浓度发生变化。溶液浓度和黏度管内径根据溶剂及特性黏度值进行选择,并注明。当采用非推荐的温度和溶剂进行试验时,应注明。特性黏度按照公式(1)进行计算。

$$[\eta] = \frac{\sqrt{2(\eta_r - 1 - \ln \eta_r)}}{100c} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$[\eta]$ ——聚己内酯材料稀溶液的特性黏度, dL/g;

η_r ——聚己内酯材料稀溶液黏度比, $\eta_r = \frac{t}{t_0}$, 无量纲;

t ——稀溶液流出时间, s;

t_0 ——溶剂流出时间, s;

c ——稀溶液的浓度, g/mL。

方法二:按照 GB/T 37642—2019 附录 A 进行。

6.5 分子量及分子量分布

按照 GB/T 21864—2008 进行试验。宜用四氢呋喃为样品溶剂和流动相,四氢呋喃应添加抗氧化剂(含量为 0.025%~0.1% 的 2,6-二叔丁基对甲苯酚)或持续搅拌或用惰性气体氮防止氧化反应发生。当样品在四氢呋喃中不能溶解时,可更换三氯甲烷、二氯甲烷、六氟异丙醇等溶剂和(或)加热溶解,应保证聚合物成分完全溶解,其他不溶物可通过过滤去除。聚己内酯的分子量及分子量分布参考附录 A 进行检测。

6.6 单体残留

单体残留检测方法如下。

- 可挥发性和半挥发性单体残留:按照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部 通则 0521-气相色谱法(仲裁法)进行试验。 ϵ -己内酯残留检测方法参考附录 B 进行检测。
- 非挥发性单体残留:按照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部中通则 0512-高效液相色谱法(仲裁法)进行试验。
- 加工助剂和过程生成物,应选择适宜的试验方法。所选方法如为非标准方法,应经方法验证与确认。

6.7 溶剂残留

按照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部 通则 0521-气相色谱法(仲裁法)或通则 0861-残留溶剂测定法进行试验。如采用其他试验方法应经方法验证与确认。聚己内酯中溶剂(乙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、二甲苯)残留检测方法参考附录 C 进行检测。

6.8 水残留

方法一(仲裁法):按照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部 通则 0832-水分测定法中第一法。
方法二:按照 GB/T 37642—2019 中 4.3 进行。

6.9 炽灼残渣

按照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部 通则 0841-炽灼残渣检查法进行试验。

6.10 催化剂残留

催化剂残留试验方法如下。

- a) 金属类催化剂残留:按照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部 通则 0406-原子吸收分光光度法、通则 0411-电感耦合等离子体原子发射光谱法或通则 0412-电感耦合等离子体质谱法(仲裁法)进行试验。样品消解宜用微波消解或消解罐密闭消解,以防止可挥发元素的损失。聚己内酯材料中催化剂锡残留检测方法参考附录 D 进行检测。
- b) 非金属类催化剂残留:可挥发性和半挥发性催化剂按照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部 通则 0521-气相色谱法(仲裁法)进行试验,非挥发性催化剂按照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部 通则 0512-高效液相色谱法(仲裁法)进行试验。如采用其他试验方法应经方法验证与确认。

6.11 重金属含量

按照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部 通则 0821-重金属检查法中方法二进行重金属总量的测定。

注:试验过程中,如果催化剂等添加元素对重金属比色检测有干扰的,可按照 YY/T 0661—2017 中 B.5 进行相应干扰排除,也可采用加入元素掩蔽剂、沉淀剂等方法排除添加元素的干扰。

6.12 微量元素

按照《中华人民共和国药典》(2025年版)四部 通则 0406-原子吸收分光光度法、通则 0411-电感耦合等离子体原子发射光谱法或通则 0412-电感耦合等离子体质谱法(仲裁法)进行试验。样品消解宜用微波消解或消解罐密闭消解,以防止可挥发元素的损失。

6.13 密度

按照 GB/T 1033.1—2008 中的液体比重瓶法进行检测。

6.14 熔点

按照 GB/T 19466.3—2004 进行熔点的检测。本材料遇热可降解,因此测定时宜取第一次热循环时的数据,以熔融峰温(T_{pm})报告。

6.15 细菌内毒素

按照 GB/T 14233.2—2005 进行试验,浸提液的制备浸提条件如下:

- a) 浸提温度: $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$;
- b) 浸提时间: 不少于 1 h;
- c) 浸提比例: $V = L/\lambda$;

式中:

- V —— 浸提介质体积, mL;
- L —— 细菌内毒素限值, EU/mg;
- λ —— 鲎试剂灵敏度标示值, U/mL。

- d) 浸提介质:

可采用极性溶剂将样品浸提后测试,或采用非极性溶剂将样品溶解后,用细菌内毒素检查用水萃取后取水层测试。此方法需进行方法干扰性的验证;采用萃取后测试的,还需进行方法回收率的验证。

6.16 微生物限度

按照《中华人民共和国药典》(2025 年版)四部 通则 1105-非无菌产品微生物限度检查:微生物计数法和通则 1106 非无菌产品微生物限度检查:控制菌检查法进行试验。

6.17 无菌

6.17.1 无菌按照《中华人民共和国药典》(2025 年版)四部 通则 1101-无菌检查法进行试验,宜采用直接接种法。如样品不易混合可添加吐温 80 等乳化剂进行预分散。如培养物浑浊影响结果判定,应取该培养液不少于 1 mL 转种至同种新鲜培养基中,将原始培养物和新接种的培养基继续培养不少于 4 d,观察接种的同种新鲜培养基是否再出现浑浊,或取培养液涂片,染色,镜检,判断是否有菌。

6.17.2 无菌保证水平,可在聚己内酯材料产品灭菌或除菌工艺过程中,根据相关的标准和指南进行灭菌验证,如 GB 18278、GB 18279、GB 18280 等,确认无菌保证水平。

6.18 生物学评价

按照 GB/T 16886.1 的要求制定聚己内酯材料的生物学试验方案,可采用聚己内酯材料,也可采用由聚己内酯材料为主要原料制成的植入器械进行试验。

6.19 降解性能

材料可通过体外降解试验获取适当数据为医疗器械的研究提供参考,材料体外降解研究宜参考 YY/T 1806.1 的要求制定聚己内酯材料的降解性能试验方案。

注:聚己内酯材料需通过加工制得可降解植入医疗器械,该类医疗器械应根据植入部位和临床应用需求进行适宜的降解试验。

6.20 机械性能

按照 GB/T 1040.1 测试拉伸性能;按照 GB/T 1041 测试压缩性能;按照 GB/T 1843 测试冲击强度;按照 GB/T 2411 测试邵氏硬度;按照 GB/T 9341 测试弯曲性能;也可采用供需双方认可的检测方法进行测试。

7 包装

7.1 产品应采用适宜的包装,确保聚己内酯材料的安全性和有效性;包装应至少采用一层有效防水材料

料,密封包装,包装上应有牢固的标签或不可擦除的清晰标识。产品以无菌形式提供的,包装还需具备无菌防护性能。标签内容至少应包括:产品名称、产品生产批号、生产日期、净重、制造商名称、贮存条件和执行标准编号等。

7.2 制造商提供信息的要求:

- a) 产品名称、型号或规格、批次代码;
- b) 制造商信息(包括制造商名称、地址、商标和联系电话);
- c) 产品出厂检验报告(包括但不限于特性黏度、单体残留、溶剂残留、水残留、炽灼残渣、重金属含量、催化剂残留;如需方可以接受,检验指标可协商确定);
- d) 产品使用说明:制造商应以适当方式让使用者知晓产品应用范围、使用方式、使用注意事项、贮存条件等信息;
- e) 认证标识(如适用,包括产品注册号、质量体系认证通过等);
- f) 聚合物的化学描述(通用名等,如适用,指定的质量或摩尔比来标明该共聚物的共聚率);
- g) 可用的CAS注册号。

7.3 单包装或初包装上一般应有下列标志:

- a) 产品名称、型号或规格;
- b) 制造商名称、地址和商标;
- c) 制造日期,如果没有使用期限的信息;
- d) 批次代码;
- e) 贮存条件。

如产品以无菌形式提供,其单包装或初包装上还应有下列标志:

- a) “无菌”字样;
- b) “包装破损切勿使用”字样;
- c) “一次性使用”字样;
- d) 使用期限。

注:可使用 YY/T 0466.1 规定的符号满足上述要求。

附录 A

(资料性)

聚己内酯分子量及分子量分布测试

A.1 试验仪器与试剂

A.1.1 仪器:电子天平、凝胶渗透色谱仪、色谱柱:5 μm MIXED-C 300 \times 7.5 mm 或其他适宜的色谱柱、进样瓶、容量瓶。

A.1.2 试剂:四氢呋喃(HPLC级)、聚苯乙烯(标准品)、2,6-二叔丁基对甲苯酚。

A.2 试液配制

A.2.1 供试品溶液:根据样品分子量不同,配制不同浓度的溶液,具体浓度参考检测仪器推荐值。取样品适量,精密称定,加四氢呋喃溶解定容,混匀,用0.22 μm 聚四氟乙烯(PTFE)滤膜过滤,取滤液作为供试品溶液。

A.2.2 标准品溶液:取至少5个聚苯乙烯分子量标准品(分子量范围应包含供试品的分子量),按标准品使用说明书,加四氢呋喃溶解作为标准品溶液。

A.3 试验方法

流动相:四氢呋喃(添加抗氧化剂含量为0.025%~0.1%的2,6-二叔丁基对甲苯酚);流速:1.0 mL/min;柱温:35 $^{\circ}\text{C}$;检测器:示差折光检测器,检测器温度为35 $^{\circ}\text{C}$;进样体积:20 μL ;记录时间:15 min。用流动相冲洗至基线平稳后,按照色谱条件进样,记录色谱峰出峰时间,用GPC软件计算出供试品的分子量及分布。

附录 B

(资料性)

聚己内酯中单体 ϵ -己内酯残留测试

B.1 试验仪器与试剂

B.1.1 电子天平、气相色谱仪、色谱柱:DB-225柱(30 m×0.250 mm,0.25 μ m)或效能相当的色谱柱、容量瓶、移液管。

B.1.2 三氯甲烷(HPLC)、 ϵ -己内酯(标准品)。

B.2 试液配制

B.2.1 供试品溶液:取本品适量,精密称定,加三氯甲烷适量使溶解并定量稀释制成每1 mL约含5 mg的溶液,作为供试品溶液。

B.2.2 对照品溶液:取 ϵ -己内酯对照品适量,精密称定,加三氯甲烷溶解并定量稀释制成每1 mL含 ϵ -己内酯25 μ g的溶液。

B.3 试验方法

B.3.1 色谱条件:起始温度为150 $^{\circ}$ C,维持2 min,以每分钟10 $^{\circ}$ C的速率升温至200 $^{\circ}$ C,保持10 min;柱流速为1.5 mL/min;进样口温度为200 $^{\circ}$ C;检测器温度为210 $^{\circ}$ C;分流比为10:1;载气为氮气;进样体积为1.0 μ L。

B.3.2 系统适用性要求:取对照品溶液连续进样6针,注入气相色谱仪,记录色谱图,主峰峰面积的RSD应不超过5.0%。

B.3.3 样品测定:精密量取供试品溶液与对照品溶液注入气相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有与 ϵ -己内酯保留时间一致的色谱峰,按外标法以峰面积计算。

B.3.4 计算公式:

$$F = \frac{W_{\text{对照}} \times P_{\text{对照}}}{A_{\text{对照}} \times V_{\text{对照}}}$$

式中:

F ——响应因子;

$W_{\text{对照}}$ ——对照品称样量,mg;

$P_{\text{对照}}$ ——对照品纯度;

$A_{\text{对照}}$ ——对照品溶液中 ϵ -己内酯峰面积;

$V_{\text{对照}}$ ——对照品稀释体积,mL。

$$\epsilon\text{-己内酯含量} = A_{\text{供}} \times \frac{V_{\text{供}}}{W_{\text{供}}} \times F \times 100\%$$

式中:

$A_{\text{供}}$ ——供试品溶液中 ϵ -己内酯峰面积;

$V_{\text{供}}$ ——供试品溶液稀释体积,mL;

$W_{\text{供}}$ ——供试品称样量,mg;

F ——响应因子。

附录 C

(资料性)

聚己内酯中溶剂(乙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、二甲苯)残留测试

C.1 试验仪器与试剂

C.1.1 电子天平、气相色谱仪(含顶空进样器)、色谱柱:以6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷(DB-624 30 m×0.53 mm×3.0 μm)效能相当的色谱柱、顶空瓶、容量瓶、移液管。

C.1.2 *N,N*-二甲基甲酰胺(HPLC级)、乙醇(标准品)、二氯甲烷(标准品)、乙酸乙酯(标准品)、二甲苯(标准品)。

C.2 试液配制

C.2.1 标准储备溶液:分别称取二氯甲烷0.2 g、无水乙醇0.5 g、乙酸乙酯0.1 g、二甲苯0.2 g,精密称定,置于同一100 ml容量瓶中,用*N,N*-二甲基甲酰胺稀释至刻度,摇匀,备用。

C.2.2 标准溶液:精密移取标准储备溶液1 mL,置于100 mL容量瓶中,用*N,N*-二甲基甲酰胺稀释至刻度,摇匀。

C.2.3 供试品溶液:称取供试品0.5 g,精密称定,置顶空瓶中加入5 mL *N,N*-二甲基甲酰胺,密封,放置水浴锅80 °C加热至溶解,摇匀后再置于顶空进样器待用。

C.3 试验方法

C.3.1 色谱条件:采用毛细管顶空进样程序升温法,柱温30 °C保持2 min,以15 °C升温至220 °C保持2 min;汽化温度210 °C;FID检测温度250 °C;载气N₂,流速3.0 mL/min;进样时间0.04 min;分流比5:1;顶空平衡时间:100 °C平衡30 min。

C.3.2 样品测定:精密量取空白溶剂5 mL至顶空瓶中密封、3份标准溶液、供试品溶液,依次测试,记录色谱图。依照外标法计算各待测溶剂含量。

$$\text{含量} = \frac{A_{\text{样}} \times M_{\text{对}} \times \frac{1}{100} \times \frac{1}{100} \times 5}{\bar{A}_{\text{标准}} \times M_{\text{样}}} \times 100\%$$

式中:

$A_{\text{样}}$ —— 供试品溶液中待测溶剂峰面积;

$\bar{A}_{\text{标准}}$ —— 标准溶液中待测溶剂峰面积平均值;

$M_{\text{对}}$ —— 对照品称样量,g;

$M_{\text{样}}$ —— 供试品溶液中样品称样量,g。

附录 D

(资料性)

聚己内酯材料中催化剂锡残留测试

D.1 仪器设备

D.1.1 电子天平、微波消解仪、电感耦合等离子体质谱仪、同心玻璃雾化器。

D.1.2 硝酸(AR)、锡(标准品)。

D.2 试液配制

D.2.1 系列标准溶液:精密吸取锡标准溶液,用1%硝酸溶液稀释配制成锡含量为以下浓度的系列溶液:0 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、30 ng/mL、40 ng/mL、50 ng/mL。

D.2.2 供试品溶液:精密称取聚己内酯材料,置于聚四氟乙烯高压消解罐中,加入硝酸于120℃预消解至反应不剧烈,放冷后盖上盖子置微波消解仪中,按预定程序进行消解,见表D.1。消解程序结束后冷却至60℃以下后,取出消解罐,放冷,将消解液转入容量瓶中,用1%硝酸溶液洗涤消解罐至少3次,洗液合并于容量瓶中,用1%硝酸溶液稀释至刻度,摇匀;精密量取适量,用1%硝酸溶液作10倍体积稀释,混匀,即得。

表 D.1 样品消解参数

步骤	温度/℃	保温时间/min
1	100	3
2	120	3
3	150	3
4	170	3
5	190	25

D.2.3 空白溶液:聚四氟乙烯高压消解罐中加入硝酸10 ml,按照上述供试品溶液的制备方法制备。

D.3 试验方法

取配制好的供试品溶液、空白溶液和系列标准曲线溶液,对样品进行检测。仪器参数:使用同心玻璃雾化器,射频功率为1300 W~1600 W,采样深度±1 mm,雾化器/载气流速0.5 L/min~1.2 L/min,蠕动泵转速42 r/min,氦气(He)KED模式,碰撞气流量3.0 L/min~3.5 L/min;积分时间为0.3 s~1.5 s(积分时间=扫描点数×停留时间)。记录响应值,以溶液浓度对响应值做线性回归,得回归方程。从标准曲线上求得供试品中锡残留量W:

$$W = \frac{C \times V}{m}$$

式中:

W——供试品中锡残留量,μg/g;

C ——标准曲线上得到的供试品溶液中锡的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V ——供试液的稀释体积, mL ;

m ——制备供试液称取的样品的重量, g 。

参 考 文 献

- [1] GB 18278.1 医疗保健产品灭菌 湿热 第1部分:医疗器械灭菌过程的开发、确认和常规控制要求
 - [2] GB 18279 医疗保健产品灭菌 环氧乙烷 医疗器械灭菌过程的开发、确认和常规控制要求
 - [3] GB 18280.1 医疗保健产品灭菌 辐射 第1部分:医疗器械灭菌过程的开发、确认和常规控制要求
 - [4] YY/T 0313—2014 医用高分子产品 包装和制造商提供信息的要求
 - [5] YY/T 0466.1—2023 医疗器械用于制造商提供信息的符号 第1部分:通用要求
-